

# Document made available under the Patent Cooperation Treaty (PCT)

International application number: PCT/JP04/017452

International filing date: 25 November 2004 (25.11.2004)

Document type: Certified copy of priority document

Document details: Country/Office: JP  
Number: 2003-424672  
Filing date: 22 December 2003 (22.12.2003)

Date of receipt at the International Bureau: 17 February 2005 (17.02.2005)

Remark: Priority document submitted or transmitted to the International Bureau in compliance with Rule 17.1(a) or (b)



World Intellectual Property Organization (WIPO) - Geneva, Switzerland  
Organisation Mondiale de la Propriété Intellectuelle (OMPI) - Genève, Suisse

30.11.2004

日 本 国 特 許 庁  
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日                      2 0 0 3 年 1 2 月 2 2 日  
Date of Application:

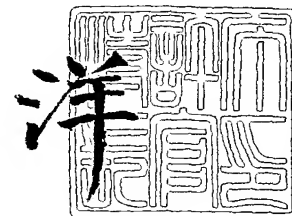
出 願 番 号                      特 願 2 0 0 3 - 4 2 4 6 7 2  
Application Number:  
[ST. 10/C]:                      [ J P 2 0 0 3 - 4 2 4 6 7 2 ]

出      願      人                      パウダーテック株式会社  
Applicant(s):

2 0 0 5 年    2 月    4 日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

小 川



【書類名】 特許願  
【整理番号】 A4470  
【提出日】 平成15年12月22日  
【あて先】 特許庁長官殿  
【国際特許分類】 C01G 49/00  
H01F 1/36

【発明者】  
【住所又は居所】 千葉県柏市十余二 2 1 7 番地 パウダーテック株式会社内  
【氏名】 茅本 金男

【発明者】  
【住所又は居所】 千葉県柏市十余二 2 1 7 番地 パウダーテック株式会社内  
【氏名】 北条 尋敬

【発明者】  
【住所又は居所】 千葉県柏市十余二 2 1 7 番地 パウダーテック株式会社内  
【氏名】 本庄 俊夫

【特許出願人】  
【識別番号】 000231970  
【氏名又は名称】 パウダーテック株式会社

【代理人】  
【識別番号】 100086287  
【弁理士】  
【氏名又は名称】 伊東 哲也

【手数料の表示】  
【予納台帳番号】 002048  
【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】  
【物件名】 特許請求の範囲 1  
【物件名】 明細書 1  
【物件名】 図面 1  
【物件名】 要約書 1

## 【書類名】特許請求の範囲

## 【請求項 1】

平均粒径  $20 \sim 50 \mu\text{m}$ 、表面均一度  $90\%$  以上、平均球状率  $1 \sim 1.3$  且つ球状率標準偏差  $0.15$  以下の球状フェライト粒子を含み、前記粒子が有機樹脂により被覆されていることを特徴とする現像剤用キャリア。

## 【請求項 2】

前記粒子がさらに、見掛け密度  $2.0 \sim 2.5 \text{ g/cm}^3$ 、磁場  $79.5 \text{ A/m}$  における磁化  $40 \sim 80 \text{ Am}^2/\text{kg}$ 、および本体磁化の  $80\%$  以上である飛散物磁化を有することを特徴とする請求項 1 記載の現像剤用キャリア。

## 【請求項 3】

請求項 1 または 2 に記載のキャリアと、トナーとを含む現像剤。

## 【請求項 4】

フェライト粒子を流動させながら  $1200^\circ\text{C}$  を超える温度でフェライト粒子を焼成する工程、およびフェライト粒子に有機樹脂を被覆する工程を含む、現像剤用キャリアの製造方法。

## 【書類名】明細書

【発明の名称】現像剤用キャリア、キャリアを含む現像剤並びにキャリアの製造方法

## 【技術分野】

## 【0001】

本発明は、現像剤に用いられる、特定の物性を有するキャリア、かかるキャリアを含む現像剤並びにかかるキャリアの製造方法に関する。

## 【背景技術】

## 【0002】

高画質の写真・印刷物をもたらし、高耐久性を有する現像剤が市場より求められている。このような市場のニーズに対応する為に、本業界ではトナーやキャリアの小粒径化に取り組んでいる。

## 【0003】

トナーに関しては、重合トナー技術等により小粒径、シャープな粒度分布を持つトナーが提案されている。一方キャリアに対しても、高画質化への取り組みとして、小粒径キャリアが提案されている。

## 【0004】

キャリアを小粒径にすることにより、形成される磁気ブラシがソフトになること、キャリアの比表面積が大きくなり、ホールド出来るトナーの量が多くなり、画像濃度、かぶり、トナー飛散、解調性等の画像品質に対して大きな効果が得られている。

## 【0005】

耐久性の向上を図る為に、キャリアのコア材（フェライト粒子）表面に各種樹脂を被覆するが、高画質化へ有効な小粒径フェライトを球状に維持することが困難で、小粒径フェライトは球状度が低い為に樹脂被覆時に被覆ムラが生じたり、コア材の露出部が生じたりし、これらの要因によりキャリア性能が十分発揮されずに、高画質化・長寿命化（高耐久化）の目的が達成されないでいるのが現状と思われる。

## 【0006】

技術的な提案として以下の技術が開示され、高画質・長寿命化へのアプローチがなされているが、未だ満足される技術に至っていない。

## 【0007】

特許文献1記載の発明は、50%平均粒径(D50)を15~45 $\mu$ mにし、各粒径の含有率を規定し、更に形状に関して空気透過法による比表面積を用いたパラメータを設定しているが、形状をあくまで平均値としてしか捉えておらず、不十分であった。

## 【0008】

特許文献2記載の発明は、キャリア粒子の体積平均粒径が25~50 $\mu$ m、抵抗が $10^6 \sim 10^{10} \Omega \cdot \text{cm}$ で、BET比表面積を用いたパラメータで形状、粒子表面の凹凸を設定しているが、前記文献同様に形状を平均値のみで捕らえており不十分であった。

## 【0009】

特許文献3記載の発明は、コア材の形状係数と樹脂被覆層形成後の形状係数を規定しているが、粒子形状を平均値のみで捉えており不十分であった。

## 【0010】

特許文献4記載の発明は、平均粒径30~40 $\mu$ m、飽和磁化が50~70 $\text{Am}^2/\text{kg}$ で、22 $\mu$ m以下を2.0~17.0、形状に関しては平均粒径以上の粒子の形状係数<平均粒径以下の粒子の形状係数としているが、粒子形状の捉え方が不十分で、性能を出すことは困難であった。

## 【0011】

他にもコア材形状、キャリア形状を形状係数という数値化したもので提案されているが、いずれも平均値としての範囲であり更なる性能の向上をするには、形状の分布に踏み込むことが必要であるとの結論に至った。

## 【0012】

また、コア材の形状係数及び形状係数の標準偏差で分布まで規定しても、次工程で行わ

れる樹脂コートに関しては、コア材がいかに均一な表面を有するか否かで樹脂コートキャリアの性能に違いがあることが見出された。

#### 【0013】

特許文献5には、形状係数を分布で捉えた変動係数に着目した提案がなされている。現像剤の搬送性に着目して、形状、粒径がそろっている方が、流動性が安定する旨の提案がされているが、磁性紛分散型キャリアのように不定形キャリアに関するものであり、フェライトコア材に樹脂コートを行う本発明とは異なる提案である。磁気特性に関しても、実施例に見られるように約  $15 \text{ Am}^2 / \text{kg}$  程度、粒径も  $15 \mu\text{m}$  程度の特殊な現像方式と思われる。このようなキャリアは、ソフトな磁気ブラシを形成する為、トナーへ与えるストレスが小さく、キャリアその他の部材にトナーを融着しにくい点がメリットとして挙げられるが、反面トナーへ帯電を付与する能力が低く、高速機への展開に難があり、幅広い速度の現像能力が不十分であった。

#### 【0014】

特許文献6には、粒径  $10 \sim 100 \mu\text{m}$  の球状フェライト粉末によって磁性樹脂モールドとして磁気的特性の向上をはかる旨が開示されているが、平均球状率、その標準偏差並びにフェライト粒子表面の均一度についての記載はなく、高画質化・長寿命化が不十分であった。

【特許文献1】特開平7-98521号公報

【特許文献2】特開2001-117285号公報

【特許文献3】特開平8-292607号公報

【特許文献4】特開平9-197722号公報

【特許文献5】特開2002-139898号公報

【特許文献6】特開平2-255539号公報

#### 【発明の開示】

#### 【発明が解決しようとする課題】

#### 【0015】

本発明の目的は、高画質の写真・印刷物をもたらしかつ現像剤に高耐久性を付与する、現像剤用キャリア、かかるキャリアを含む現像剤、並びに前記キャリアの製造方法を提供することを目的とする。

#### 【課題を解決するための手段】

#### 【0016】

本発明者らは、以上の問題点を鋭意検討した結果、特定の物性を有するキャリアによって前記課題を解決できることを見出し、本発明を完成するに至った。

#### 【0017】

すなわち本発明は、平均粒径  $20 \sim 50 \mu\text{m}$ 、表面均一度  $90\%$  以上、平均球状率  $1 \sim 1.3$  且つ球状率標準偏差  $0.15$  以下の球状フェライト粒子を含み、前記粒子が有機樹脂により被覆されていることを特徴とする現像剤用キャリアを提供するものである。

#### 【0018】

前記粒子はさらに、見掛け密度  $2.0 \sim 2.5 \text{ g/cm}^3$ 、磁場  $79.5 \text{ A/m}$  における磁化  $40 \sim 80 \text{ Am}^2 / \text{kg}$ 、および本体磁化の  $80\%$  以上である飛散物磁化を有しているもよい。

#### 【0019】

本発明はさらに、前記キャリアとトナーとを含む現像剤を提供するものである。

また本発明は、フェライト粒子を流動させながら  $1200^\circ\text{C}$  を超える温度でフェライト粒子を焼成する工程、およびフェライト粒子に有機樹脂を被覆する工程を含む、現像剤用キャリアの製造方法を提供するものである。

#### 【発明の効果】

#### 【0020】

前記のような特定の物性を有する、現像剤用キャリアを用いることにより、高画質の写真・印刷物が得られ、しかも長期間使用後もこのような高画質の写真・印刷物が依然とし

て得られるという優れた耐久性を現像剤に付与できる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0021】

発明の詳細について述べる。

フェライトは、鉄粉と比べて形状が球状であること、磁気特性が調整可能であること等のメリットがあるが、セラミックである為フェライト反応後は、硬度はあるが衝撃に対して破碎してしまう欠点がある。特に粒径が小さくなると粒子間の空隙も小さくなり、高温の加熱により粒子同士の融合が生じて球状の維持が困難になってくる。

【0022】

また、焼成後の解砕工程で、粒子を解す場合、融合した粒子を強い衝撃で解すと破碎してしまい不定形の粒子が混入してしまう。不定形の粒子は除去が困難であり、このまま次工程で樹脂コートを行ってしまうと、不定形の粒子には均一な皮膜が形成されないこと、流動性の妨げ等により画像品質への悪影響が生じてくる。

【0023】

球状を維持させる為に、焼成温度を低くすることにより粒子間の融合は防げるものの、コア材がポーラス（多孔性）になり、コア材表面への樹脂コート工程において、樹脂が内部に染込みキャリア性能のバラツキ要因になり易い。

【0024】

以上のように1200℃以上の高温でフェライト化反応が起こる為に、球状、表面性の均一な小粒径フェライト粒子を製造する技術は不十分であった。

【0025】

従来、フェライトの焼成は、アルミナ等のコウ鉢に原料を充填し、トンネル型の焼成炉で焼成されていた。しかし、粒子径が小さくなってくると、粒子間の融合が発生し易くなる為、焼成温度をあまり上げられず、それにより、表面性のばらつきが生じてしまう。これは、次工程の樹脂コート工程において均一な皮膜形成のノイズとなり性能の劣化につながる。

【0026】

また、球状のフェライト粒子を経済的に製造する為には、造粒後分級を行う必要があり、造粒物にバインダー、添加剤等の有機物が存在しているが、焼成工程においては、含有する有機物はあまり多いと還元性ガスとなり、フェライトの焼成に悪影響を与える為、高温での本焼成の前に除去した方が好ましい。

【0027】

高温の焼成工程においては、粒子間の融合を防止し、表面を均一に焼成する為に造粒物を流動させながら焼成することにより良好な球状フェライト粒子を得ることが出来る。

【0028】

粒子を均一に加熱することにより表面が均一になるだけでなく、フェライト化反応も均一になり、磁気特性分布もシャープになり小粒径キャリアの弱点である、キャリア飛散に関して余裕度が大きくなる。

【0029】

本発明のキャリアを製造する具体的な方法としては、金属酸化物からフェライト造粒物を調製し、得られた造粒物を回転式焼成炉（例えばロータリーキルン）等に入れて焼成炉を回転させる等してフェライト粒子を流動させながら1200℃を超える温度でフェライト粒子を焼成し、得られた焼成物を解砕して所定の粒度分布に分級した後、粒子表面に有機樹脂を被覆するといった方法が挙げられる。

【0030】

1200℃を超える温度で、焼成炉を回転させる等してフェライト粒子を流動させながら焼成することにより表面が均一で、粒子間の融合のない粒子が得られるが、このような回転方法に限定されるものではなくフェライト粒子を流動させる方法であればどのような方法でも良い。図1に、本発明で用いる焼成方法の概略図を示す。図1中、1は造粒物供給器、2はロータリーキルン、3は熱間部、4は発熱体、5は冷却部、6は冷却体、7は

焼成物をそれぞれ示す。図2に、倍率300倍で撮影した、本発明で用いる焼成方法で得られた焼成物の電子顕微鏡写真コピーを示す。

#### 【0031】

フェライト粒子を流動させながら焼成する温度は1200℃を超える温度であり、好ましくは1200～1400℃、さらに好ましくは1250～1350℃であってもよい。焼成時間は0.1～10時間、好ましくは0.1～8時間、さらに好ましくは0.1～6時間であってもよい。

#### 【0032】

フェライト粒子を動かしながら1200℃を超える温度でフェライト粒子を焼成する工程の前に、予め、かかる工程の焼成温度より500～700℃低い低温でフェライト粒子を予備焼成してもよい。かかる予備焼成はフェライト粒子を流動させながら行っても良いし、流動させずに行っても良い。流動させる場合、回転式焼成炉（例えばロータリーキルン）等を用いて流動させても良い。かかる予備焼成時間は0.1～5時間、好ましくは0.1～4時間、さらに好ましくは0.1～2時間であってもよい。

#### 【0033】

また、焼成後の解砕においても、コウ鉢に粒子を充填して粒子を焼成した場合、粒子間の結合により焼成後はブロック状になってしまい解砕が困難になってしまうが、回転式焼成炉等を用いて粒子を流動させながら焼成することにより、粒子間の結合が少なく解砕が容易になってくる。フェライトはセラミックと同様に衝撃に対して弱く、解砕工程のストレスが強いと、割れ欠けが発生してしまうので、解砕工程でのストレスを最小化することは非常に重要である。

#### 【0034】

解砕後、所定の粒度分布に分級した後、粒子表面に有機樹脂を被覆する。有機樹脂被覆量は特に限定されないが、0.1～4重量%、好ましくは0.5～3.0重量%であってもよい。

#### 【0035】

被覆する樹脂は、使用するトナーにより適宜選択すればよいが、例えば、ポリプロピレン、ポリスチレン、アクリル樹脂、ポリアクリロニトリル樹脂ストレートシリコン樹脂及びその変性品；ポリテトラフルオロオエチレン、ポリフッ化ビニリデン等のフッ素樹脂；ポリカーボネート樹脂；エポキシ樹脂またはこれら2種以上の混合物等が挙げられる。

#### 【0036】

樹脂コート方法は特に限定されないが、流動床コート法、浸漬法等が挙げられ、粒径が細くなると粒子間の会合が出易くなるので、注意が必要である。

#### 【0037】

このようにして製造されたキャリアと、トナーとを混ぜ合わせる等して現像剤が製造される。現像剤は1成分現像剤でもよいし、2成分以上の多成分現像剤でもよい。本発明の現像剤は、写真の現像や印刷、特に電子写真の現像や電子印刷に用いることができる。

#### 【実施例1】

#### 【0038】

酸化物全量基準で、酸化鉄（50mol%）、酸化マンガン（40mol%）および酸化マグネシウム（10mol%）をそれぞれ計量し、これらを混合粉碎して粉碎物を得た後、アトライターに水25Lを加えてさらに粉碎物を1時間粉碎して、固形比50%のスラリーを作製した。作製したスラリーをスプレードライヤーで造粒し球状の造粒物を得た。

#### 【0039】

造粒物を約900℃のロータリーキルンで仮焼した。仮焼後、造粒物20kg、水20L、バインダー（ポリビニールアルコールの10%溶液）128gおよび分散剤（ポリカルボン酸アンモニウム系）100gと一緒にアトライターで2時間粉碎して固形比50%のスラリーを得た。作製したスラリーをスプレードライヤーで造粒し平均粒径約38μm球状の造粒物を得た。

## 【0040】

造粒物を約700℃のロータリーキルンで焼成して、バインダー等の添加剤を取り除いた。次に熱間部を1320℃にセットしたロータリーキルンに、焼成された造粒物を供給しさらに焼成を行った。焼成時、酸素濃度4.5%に調整した窒素混合ガスを流量50L/minでロータリーキルンに供給した。ロータリーキルンの運転条件およびフェライト造粒物の供給量は以下のとおりである。

## 【0041】

ロータリーキルンのレトルト回転数: 3 rpm

ロータリーキルンのレトルト勾配: 0.5度

焼成するフェライト造粒物の供給量: 3 kg/h

入り口側ハンマー回数: 30回/分

出口側ハンマー回数: 20回/分

焼成後、得られた焼成物をジェットミルで解砕し、そして分級して平均粒径35 $\mu$ mの球状フェライトを得た。球状フェライトコア材の形状、球状率等の物性を後述のように測定した結果を表1に示す。

## 【0042】

信越シリコン社製アクリル変性シリコン樹脂「KR-9706 (商品名)」をトルエンに希釈し、流動床コート装置を用いて、得られた希釈物をコア材に対して0.5wt%被覆した後、230℃で1時間焼付けを行い、冷却後解砕して、樹脂コートキャリアを得た。得られた樹脂コートキャリアを用いて後述のように実機評価を行った。結果を表2に示す。

## 【実施例2】

## 【0043】

実施例1と同様に固形比50%のスラリーを得た後、スプレードライヤーで平均粒径約27 $\mu$ mの造粒物を得た。造粒物を約700℃のロータリーキルンで焼成して、バインダー等の添加剤を取り除いた。次に熱間部を1320℃にセットしたロータリーキルンに、焼成された造粒物を供給しさらに焼成を行った。ロータリーキルンの運転条件およびフェライト造粒物の供給量は以下のとおりである。

## 【0044】

ロータリーキルンのレトルト回転数: 3 rpm

ロータリーキルンのレトルト勾配: 0.5度

焼成するフェライト造粒物の供給量: 3 kg/h

焼成時、酸素濃度4.5%に調整した窒素混合ガスを流量50L/minでロータリーキルンに供給した。焼成後、得られた焼成物をジェットミルで解砕し、そして分級して平均粒径25 $\mu$ mの球状フェライトを得た。球状フェライトコア材の形状、球状率等の物性を後述のように測定した結果を表1に示す。得られたコア材を実施例1と同様に樹脂コートした後、得られた樹脂コートキャリアを用いて実施例1と同様に実機評価を行った。結果を表2に示す。

## 【実施例3】

## 【0045】

実施例1と同様に、固形分比50%のスラリーを得た後、スプレードライヤーで平均粒径38 $\mu$ mの球状の造粒物を得た。造粒物を700℃で焼成しないで直接1320℃にセットしたロータリーキルンで焼成した。焼成時、酸素濃度15%に調整した窒素混合ガスを流量50L/minでロータリーキルンに供給した。焼成後、得られた焼成物をジェットミルで解砕し、分級し平均粒径35 $\mu$ mの球状フェライトを得た。球状フェライトコア材の形状、球状率等を後述のように測定した結果を表1に示す。得られたコア材を実施例1と同様に樹脂コートした後、得られた樹脂コートキャリアを用いて実施例1と同様に実機評価を行った。結果を表2に示す。

## 【0046】

比較例1

実施例 1 と同様にスプレードライヤーにより造粒物を製造した後、造粒物をコウ鉢に充填し、トンネル式の電気焼成炉にて焼成温度 1310℃ で焼成を行った。焼成時、酸素濃度を 4.5% に調整した窒素混合ガスを 90 L/min でトンネル式の電気焼成炉に供給した。焼成後、得られた焼成物をジェットミルで解砕し、そして分級して平均粒径 35  $\mu$ m の球状フェライトを得た。球状フェライトコア材の形状、球状率を後述のように測定した結果を表 1 に示す。得られたコア材を実施例 1 と同様に樹脂コートした後、得られた樹脂コートキャリアを用いて実施例 1 と同様に実機評価を行った。結果を表 2 に示す。

#### 【0047】

##### 比較例 2

実施例 2 と同様に造粒した造粒物を、約 700℃ にセットしたロータリーキルンで焼成してバインダー等の添加剤を取り除いた。次に、比較例 1 と同様に、焼成した造粒物をコウ鉢に充填し、トンネル式の電気焼成炉にて焼成温度 1310℃ でさらに焼成した。焼成時、酸素濃度 4.5% に調整した窒素混合ガスを流量 50 L/min でトンネル式の電気焼成炉に供給した。焼成後、得られた焼成物をジェットミルで解砕し、そして分級して平均粒径 25  $\mu$ m の球状フェライトを得た。球状フェライトコア材の形状、球状率を後述のように測定した結果を表 1 に示す。得られたコア材を実施例 1 と同様に樹脂コートした後、得られた樹脂コートキャリアを用いて実施例 1 と同様に実機評価を行った。結果を表 2 に示す。

#### 【0048】

##### 比較例 3

比較例 2 と同じ造粒物をコウ鉢に充填し、トンネル式の電気焼成炉にて焼成温度 1250℃ で焼成した。焼成時、酸素濃度 4.5% に調整した窒素混合ガスを流量 90 L/min でトンネル式の電気焼成炉に供給した。焼成後、得られた焼成物をジェットミルで解砕し、そして分級して平均粒径 25  $\mu$ m の球状フェライトを得た。球状フェライトコア材の形状、球状率を後述のように測定した結果を表 1 に示す。得られたコア材を実施例 1 と同様に樹脂コートした後、得られた樹脂コートキャリアを用いて実施例 1 と同様に実機評価を行った。結果を表 2 に示す。

#### 【0049】

##### 比較例 4

実施例 1 で造粒した造粒物を、熱間部を 1150℃ にセットしたロータリーキルンに供給して焼成を行った。焼成時、酸素濃度 4.5% に調整した窒素混合ガスを流量 50 L/min でロータリーキルンに供給した。ロータリーキルンの運転条件およびフェライト造粒物の供給量は以下のとおりである。

#### 【0050】

ロータリーキルンのレトルト回転数: 3 rpm

ロータリーキルンのレトルト勾配: 0.5 度

焼成するフェライト造粒物の供給量: 3 kg/h

焼成後、得られた焼成物をジェットミルで解砕し、そして分級して平均粒径 35  $\mu$ m の球状フェライトを得た。球状フェライトコア材の形状、球状率等の物性を後述のように測定した結果を表 1 に示す。信越シリコン社製アクリル変性シリコン樹脂「KR-9706 (商品名)」をトルエンに希釈し、流動床コート装置を用いて、得られた希釈物をコア材に対して 0.5 wt% 被覆した後、230℃ で 1 時間焼付けを行い、冷却後解砕して、樹脂コートキャリアを得た。得られた樹脂コートキャリアを用いて後述のように実機評価を行った。結果を表 2 に示す。

#### 【0051】

[コア材 (フェライト粒子) の物性評価]

##### 1. 平均粒径:

日本レーザー社製レーザー回折式粒子径分布測定装置「HELOS SYSTEM」を用いて測定した。

#### 【0052】

## 2. 見掛け密度 (Apparent Density = AD) :

JIS-Z2504 (金属紛の見掛け密度試験方法) に準拠して測定した。

## 【0053】

## 3. 表面均一度:

(1) SEM (走査型電子顕微鏡) にて倍率 200 倍で総計 200 粒子以上カウントできるように視野を変えてコア材を撮影した。

(2) 表面に平滑な部分を半分以上有するコア材を目視によりチェックした。

(3) コア材 100 個をチェックし、(2) に示すコア材の含有率を百分率にて算出した。

## 【0054】

## 4. 平均球状率および球状率標準偏差:

(1) SEM にて倍率 300 倍で総計 100 粒子以上カウントできるように視野を変えてコア材を撮影した。

(2) SEM 画像をスキャナーで読み込み、メディアサイバネティクス (MEDIA CYBERNETICS) 社製画像解析ソフト「Image-Pro PLUS」を用いて画像解析を行い、各粒子に対する外接円直径、内接円直径を求め、その比を球状率とした。2つの直径が同じであれば比が 1 となり、真球の場合この比が 1 となる。

(3) 粒子 100 個に対して求めた球状率より平均球状率と標準偏差を算出した。

## 【0055】

## 5. 飽和磁化:

直流磁化特性自動記録装置 (理研電子製 BHU-60 型) で磁場 238.7 kA/m ににおける磁化を読み取った (単位は  $\text{Am}^2/\text{kg}$ )。

## 【0056】

## 6. 飛散物磁化:

(1) コア材を磁気ブラシにセットする前に、振動型磁気測定器 VSM (東栄工業製) で磁場 79.5 A/m における前記コア材の磁化 (本体磁化) を測定した。

(2) コア材 500 g を磁気ブラシにセットし、回転数 250 rpm で 5 分間、磁気ブラシを回転させ、磁気ブラシから強制的にコア材を飛散させた。

(3) 次に飛散したコア材を捕集し、振動型磁気測定器 VSM (東栄工業製) で磁場 79.5 A/m における磁化を測定し、本体磁化と比較した (単位は  $\text{Am}^2/\text{kg}$ )。

## 【0057】

## [トナー作製]

プロポキシ化ビスフェノールとフマル酸を縮合して得られたポリエステル樹脂 100 重量部、フタロシアニン顔料 4 重量部、ジ-tert-ブチル酸のクロム錯体 4 重量部を原料とし、これらをヘンシルミキサーにより十分に予備混合し、2軸押し出し式混練機により熔融混練し、得られた混練物を冷却後、ハンマーミルを用いて約 1.5 mm 程度に粗粉砕し、次にジェットミルにより微粉砕を行って微粉砕物を得た。

## 【0058】

更に、得られた微粉砕物を分級して、重量平均粒径が  $8.6 \mu\text{m}$  のシアン色の紛体を得た。該紛体 100 重量部と平均粒径  $0.05 \mu\text{m}$  の酸化チタン 1 重量部をヘンシルミキサーで混合しトナー 1 を得た。

## 【0059】

## [実機評価]

前述のように作製した各樹脂コートキャリアとシアントナー 1 をトナー濃度 [(トナー重量/現像剤 (トナー+キャリア) 重量)  $\times 100$ ] = 8% となるよう混合して現像剤を作製し、かかる現像剤を現像器に充填した後、シャープ社製フルカラー用コピー機「ARC-160 (商品名)」本体にセットした (現像剤充填量は、各 630 g)。コピー初期 (1 枚目~13 枚目) 及び 10 万枚目の画質評価を下記に示す方法により行い、現像剤の評価を行った。

## 【0060】

## (1) 画像濃度

適正露光条件下でコピーし、ID (画像濃度) の評価を行った。ベタ部の画像濃度を濃度計 X-Rite (登録商標、日本平版機材製) にて測定して以下のようにランク付けを行った。

- ◎: 非常に良い。
- : 目標画像濃度の範囲である。
- △: 画像濃度が若干低めであるが、使用可能。
- ×: 目標下限を下回っている。
- ××: 画像濃度が非常に低く使用不可能。

## 【0061】

## (2) かぶり

画像濃度測定と同様に、X-Rite (登録商標) を用いて予めペーパーベース (コピー前のペーパーの値) を測定しておき、コピー後、白地を測定し、式「コピー後の濃度 - ペーパーベース = かぶり」により、かぶりを求めた。表 2 中の各記号の意味を以下に示す。

- ◎: 0.5 未満
- : 0.5 ~ 1.0
- △: 1.0 ~ 1.5
- ×: 1.5 ~ 2.5
- ××: 2.5 以上

## 【0062】

## (3) キャリア飛散

A3 用紙を、初期段階と 10 万枚コピー後それぞれにおいて 10 枚レトラトーンでコピーし 10 枚中の白斑の個数を数えた。表 2 中の各記号の意味を以下に示す。

- ◎: 白斑が無いこと
- : 1 ~ 5 個
- △: 6 ~ 10 個
- ×: 11 ~ 20
- ××: 21 個以上

## 【0063】

## (4) トナー飛散

現像機周辺を目視で確認した。表 2 中の各記号の意味を以下に示す。

- ◎: 全く見られない。
- : ごく微量確認された。
- △: 限界 (使用可能) レベル。
- ×: 多い
- ××: 非常に多い

## 【0064】

## (5) 横細線再現性

目視により判定。表 2 中の各記号の意味を以下に示す。

- ◎: 非常に良く再現している。
- : ほぼ再現している。
- △: 限界 (使用可能) レベル。
- ×: 切れかすが目立つ。
- ××: 全く再現していない。

## 【0065】

## (6) ハーフトーン均一性

ハーフトーンをコピーし目視により判定。表 2 中の各記号の意味を以下に示す。

- ◎: 非常に均一でムラが無い。
- : 均一でムラが無い。

△: 若干ムラが見られるが限界 (使用可能) レベル。  
 ×: ムラが目立ち不均一。  
 ××: ムラが非常に多く不均一。

【0066】

【表1】

	平均粒径 (μm)	AD (g/cc)	表面均一度 (%)	平均球状率	球状率標準偏差	飽和磁化	飛散物磁化	飛散/本体
実施例1	35	2.35	96	1.17	0.1137	60	56	93%
実施例2	25	2.21	92	1.21	0.1246	60	54	90%
実施例3	35	2.15	90	1.29	0.1434	50	44	88%
比較例1	35	2.26	75	1.26	0.1666	61	40	66%
比較例2	25	2.21	80	1.23	0.1787	62	45	73%
比較例3	25	2.15	71	1.31	0.1771	63	41	65%
比較例4	35	1.87	7	1.18	0.1134	64	56	88%

【0067】

【表2】

項目	実施例1	実施例2	実施例3	比較例1	比較例2	比較例3	比較例4
初期							
画像濃度	◎	◎	○	○	△	△	△
かぶり	◎	◎	○	△	△	×	×
トナー飛散	◎	◎	○	△	△	△	△
キャリア飛散	◎	◎	△	△	×	×	×
横細線再現性	○	◎	○	×	×	×	×
ハフトン均一性	◎	◎	◎	△	△	×	×
10万枚							
画像濃度	◎	◎	◎	△	△	△	×
かぶり	◎	◎	◎	△	×	×	×
トナー飛散	◎	◎	○	○	×	△	×
キャリア飛散	◎	◎	△	△	×	×	△
横細線再現性	◎	◎	△	×	×	×	×
ハフトン均一性	○	◎	○	△	×	×	×

【0068】

表から明らかなように、平均粒径、表面均一度、平均球状率および球状率標準偏差のいずれか1つでも本発明の要件を満たしていないキャリアを含んだ現像剤を用いて複写を行うと、複写当初から複写物の画像濃度は低く、複写物にキャリアの飛散跡が見られ、複写した細線も切れかすが目立つという、画質の悪い複写物が得られる。一方本発明のキャ

リアを含んだ現像剤を用いて複写を行うと、複写物の画像濃度は高く、複写物のキャリア飛散跡も皆無若しくは若干数であり、複写した細線も良く再現されているという高画質の複写物が得られ、しかも 1 0 万枚複写しても同様にこのような高画質の複写物が得られるという優れた耐久性を本発明のキャリアは現像剤に付与できることが判る。

【図面の簡単な説明】

【0069】

【図1】 本発明で用いる焼成方法の概略図である。

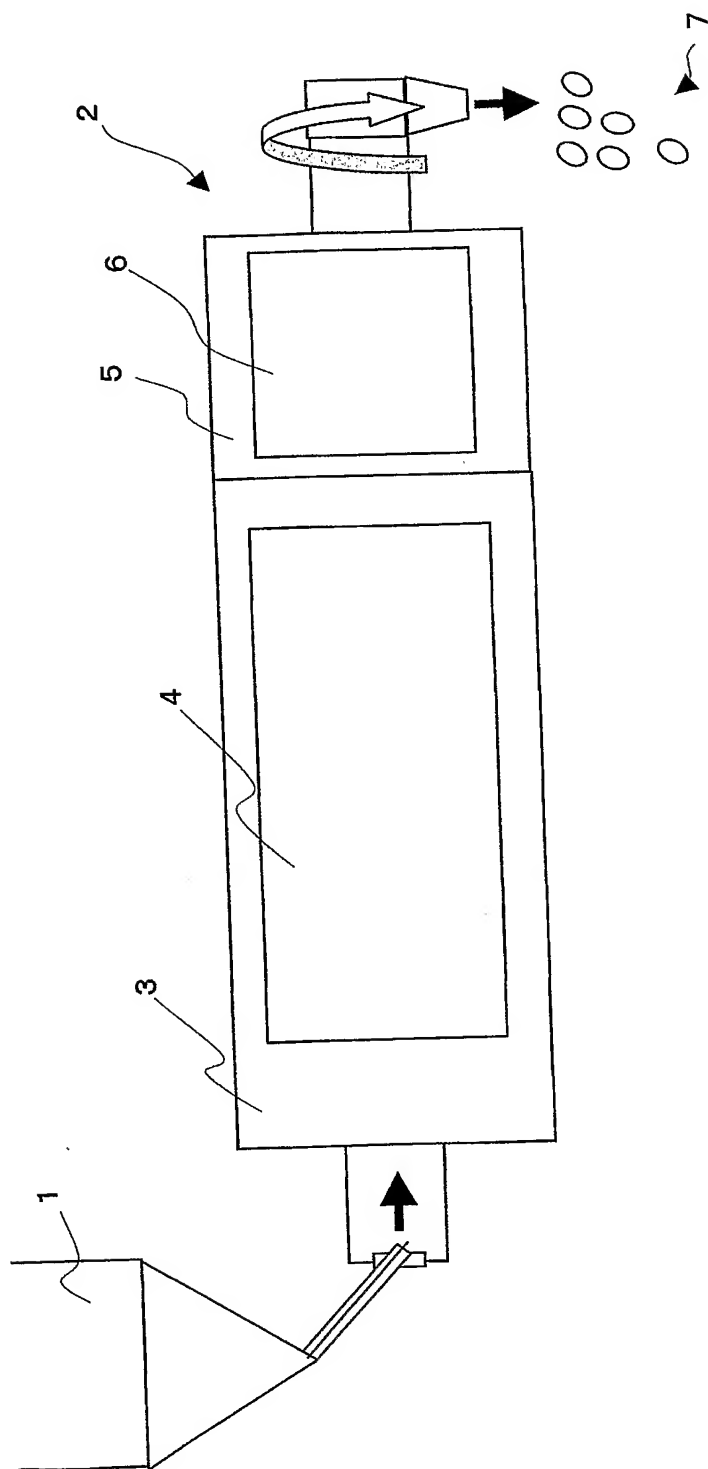
【図2】 本発明で用いる焼成方法で得られた焼成物の電子顕微鏡写真コピー（倍率 300 倍）である。

【符号の説明】

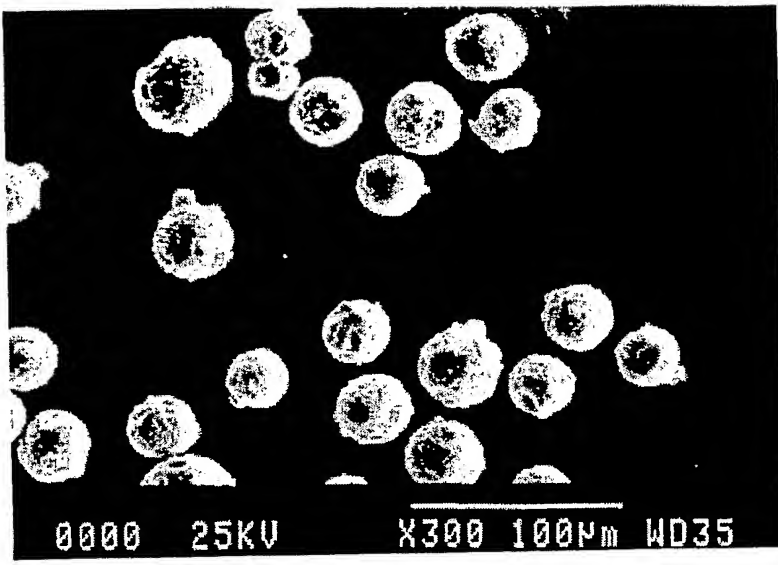
【0070】

1：造粒物供給器、2：ロータリーキルン、3：熱間部、4：発熱体、5：冷却部、6：冷却体、7：焼成物。

【書類名】 図面  
【図 1】



【図 2】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 高画質の写真・印刷物をもたらしかつ現像剤に高耐久性を付与する、現像剤用キャリア、かかるキャリアを含む現像剤、並びに前記キャリアの製造方法を提供する。

【解決手段】 平均粒径  $20 \sim 50 \mu\text{m}$ 、表面均一度  $90\%$  以上、平均球状率  $1 \sim 1.3$  且つ球状率標準偏差  $0.15$  以下の球状フェライト粒子を含み、前記粒子が有機樹脂により被覆されていることを特徴とする現像剤用キャリア、かかるキャリアとトナーとを含む現像剤、並びにフェライト粒子を流動させながら  $1200^\circ\text{C}$  を超える温度でフェライト粒子を焼成する工程、およびフェライト粒子に有機樹脂を被覆する工程を含む、現像剤用キャリアの製造方法。

【選択図】 図 1

特願 2 0 0 3 - 4 2 4 6 7 2

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[ 0 0 0 2 3 1 9 7 0 ]

1. 変更年月日

1 9 9 0 年 8 月 2 2 日

[変更理由]

新規登録

住 所

千葉県柏市十余二 2 1 7 番地

氏 名

パウダーテック株式会社